

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-253679

(43)Date of publication of application : 03.10.1995

(51)Int.Cl.

G03G 5/043

(21)Application number : 06-043947

(71)Applicant : MINOLTA CO LTD  
MITSUBISHI CHEM CORP

(22)Date of filing : 15.03.1994

(72)Inventor : UEDA HIDEAKI  
TOKUTAKE SHIGEAKI

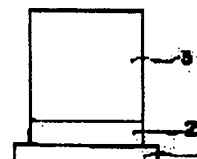
## (54) BIPOLAR PHOTOSENSITIVE BODY

## (57)Abstract:

**PURPOSE:** To improve the photosensitive body characteristic such as sensitivity and sensitivity balance and the follow-up ability when the static charge characteristics are switched by selecting an org. charge generating material contained in the first and second photosensitive layers from a combination of the n-type and p-type charge generating materials.

**CONSTITUTION:** A first photosensitive layer 2 and a second photosensitive layer 3 are successively laminated on a conductive substrate 1. An n-type charge generating material is used in the layer 3 when a p-type charge generating material is used in the layer 2, and a p-type charge generating material is used in the layer 3 when the n-type material is used in the layer 2. The content of the material in the layer 3 is controlled to 1.2-20wt.%, based on the total constituting material of the layer 3. Consequently, a good balance in sensitivity is obtained between both poles, and the sensitive body is used as one with both positive and negative polarities.

Further, the layer 2 effectively acts as a blocking layer to block the injection of a charge from the substrate 1, hence the rising of electrification is improved when the positive polarity is switched to the negative polarity or vice versa, and the follow-up ability is improved.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

Rest Available Copy

[Number of appeal against examiner's decision  
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(18)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-253679

(43)公開日 平成7年(1995)10月3日

(51)Int. Cl.<sup>4</sup>

G03G 5/048

登録証号

庁内登録番号

FI

技術表示箇所

特許請求の範囲 請求項1 OL (全11頁)

(21)出願番号 特開平6-42647

(22)出願日 平成6年(1994)3月15日

(71)出願人 000060079  
ミノルタ株式会社  
大阪府大阪市中央区東土町二丁目3番12号  
大阪西園ビル

(71)出願人 000060088  
三菱化学株式会社  
東京都千代田区丸の内二丁目5番2号

(72)発明者 植田 秀昭  
大阪府大阪市中央区東土町二丁目3番12号  
大阪西園ビル ミノルタカメラ株式会社内

(72)発明者 植竹 重男  
大阪府大阪市中央区東土町二丁目3番12号  
大阪西園ビル ミノルタカメラ株式会社内

(74)代理人 弁護士 青山 廣 (外1名)

(34)【発明の名称】 両極性感光体

(57)【要約】

【目的】 感度および感度バランス等の感光体特性、帯電極性切り替え時の追随性に優れ、耐久性のある新規な両極性感光体を提供すること。

【構成】 導電性支持体上に、少なくとも有機電荷発生材料を含有する第一感光層と、少なくとも特定量の有機電荷発生材料と電荷輸送材料を含有する第二感光層を有し、第一感光層と第二感光層に含まれる有機電荷発生材料がn型とp型の組み合わせで選択されていることを特徴とする両極性感光体。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 導電性支持体上に、少なくとも有機電荷発生材料を含有する第一感光層と、少なくとも有機電荷発生材料と電荷輸送材料を含有する第二感光層を有し、第一感光層と第二感光層に含まれる有機電荷発生材料が n 型と p 型の組み合わせで選択され且つ、第二感光層に含まれる有機電荷発生材料の量が第二感光層の全構成材料に対して 1、2～20 重量%であることを特徴とする両極性感光体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は両極性感光体に関する。

【0002】

【従来の技術】 感光体は、コロナ帯電によって与えられる電荷の極性に依存して、通常片極性で使用されている。このような片極性の感光体をボジ原稿およびネガ原稿のいずれの場合にもボジ画像を得る目的の例えばリーダプリンタに適用した場合、2つの片極性の感光体を使用するあるいは2つの現像器を用いる必要が生じる。

【0003】 そこで1つの感光体と1つの現像器でボジ原稿およびネガ原稿のいずれからもボジ画像を得ることができる感光体、すなわちプラスおよびマイナスいずれに帯電されても使用できる両極性感光体が提案されている。

【0004】 このような両極性の感光体としては、例えば特開昭53-87227号公報、特開昭49-45737号公報、特開昭49-91545号公報、特開昭52-191854号公報、特開平5-127404号公報および特開昭55-9557号公報等が知られている。

【0005】 特開昭53-87227号公報は共晶錯体を分散した電荷発生層を有する感光体を開示している。特開昭49-45737号公報および特開昭49-91545号公報は基体上に電荷発生層、電荷輸送層および電荷発生層の3層を有する感光体を開示している。特開昭52-191854号公報は基体上に電荷輸送層、電荷発生層および電荷輸送層の3層を有する感光体を開示している。特開平5-127404号公報は電荷発生材料と電荷輸送材料を分散させた感光体を開示している。特開昭55-9557号公報はセレン層と共晶錯体分散層を組み合わせた感光体を開示している。

【0006】 上記両極性感光体はいずれもある程度の両極性を有するものの、いまだ充分な感度、耐久性が得られていない。さらに、例えば正帯電時には感度が良好でも、負帯電時には正帯電時と同程度の感度が得られず、両極の感度バランスが悪いという問題がある。また、例えば正帯電使用から負帯電使用へと極性を切り替えた直後は満足な帯電レベルが得られず、帯電極性のスイッチ切り替え時の追従性に問題がある。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は上記事情に鑑みなされたものであり、感度および感度バランス等の感光体特性、帯電極性切り替え時の追従性に優れ、耐久性のある新規な両極性感光体を提供することを目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】 すなわち本発明は導電性支持体上に、少なくとも有機電荷発生材料を含有する第一感光層と、少なくとも有機電荷発生材料と電荷輸送材料を含有する第二感光層を有し、第一感光層と第二感光層に含まれる有機電荷発生材料が n 型と p 型の組み合わせで選択され且つ、第二感光層に含まれる有機電荷発生材料の量が第二感光層の全構成材料に対して 1、2～20 重量%であることを特徴とする両極性感光体に関する。

【0009】 本発明の両極性感光体は、例えば、図 1 に示すように、導電性支持体(1)上に第一感光層(2)、その上に第二感光層(3)を積層した構成のものである。そして、第一感光層に p 型の電荷発生材料を使用したときには第二感光層に n 型の電荷発生材料を使用し、逆に第一感光層に n 型の電荷発生材料を使用したときは第二感光層に p 型の電荷発生材料を使用する。第二感光層中に含有させる電荷輸送材料としては、電子輸送材料及び正孔輸送材料のいずれも使用可能である。

【0010】 尚、本発明で言うところの p 型および n 型とは、材料自身の持つ特性により分類されるもので、電子と正孔の動き量の比較により決定される。電子輸送性に優れた電荷発生材料を n 型、正孔輸送性に優れた電荷発生材料を p 型としている。具体的な化合物は後述するとおりである。

【0011】 本発明は、第一および第二の2層の感光層を設け且つ各々の層に異なる極性の電荷発生材料を含有させること、そして第二感光層に含有させる電荷発生材料の量を特定することにより、従来の両極性感光体に比べて両極の感度バランスに優れ、正極性および負極性の両方で使用可能な両極性感光体を提供することができる。さらに、第一感光層がブロッキング層として有効に作用して、導電性支持体からの電荷の注入を阻止するために、正極性、負極性の切り換え時における帯電の立上がりがよく、追従性に優れた感光体を提供することができる。

【0012】 具体的な構成としては、第一感光層中に n 型の電荷発生材料を含有させ、第二感光層に p 型の電荷発生材料と正孔輸送材料とを含有させてなる両極性感光体(構成 1)。そして、構成 1 の感光体において第二感光層の正孔輸送材料に替えて電子輸送材料を含有させた両極性感光体(構成 2)。さらに、第一感光層に p 型の電荷発生材料を含有させ、第二感光層に n 型の電荷発生材料と正孔輸送材料とを含有させた両極性感光体(構成 3)。構成 3 の感光体において第二感光層の正孔輸送材料に替

えて電子輸送材料を含有させた両極性感光体(構成4)が挙げられる。

【0013】従来の両極性感光体は、導電性支持体上にp型の電荷発生材料と正孔輸送材料を含有した感光層を有している。そしてこの感光体は、正帯電時に露光により感光層で発生した電子および正孔のうち電子が感光体表面側、正孔が支持体側へ移動して静電潜像が形成される。一方、負帯電時には上記とは逆に、電子が感光体表面側、正孔が支持体側へ移動して静電潜像が形成される。ところが上記感光体の感光層は正孔に対するブロッキング作用が低く、このため負帯電時において支持体側へ移動した正孔が感光層に注入して、この結果感光体の帯電量が低下する。

【0014】これに対して、本発明の第一構成に示す感光体は、上記感光層に相当する第二感光層の他に、さらにn型の電荷発生材料を含有した第一感光層を設けることにより、負帯電時に支持体側からの正孔の注入を阻止して帯電量の低下を防止すると共に、第一感光層が電荷発生にも寄与することから感光体の感度の向上を図ることができる。

【0015】上記第二構成における本発明の感光体は、第二感光層に正孔輸送材料に替えて電子輸送材料を含有する点で構成1と相違する。この構成により、n型の電荷発生材料を含有する第一感光層は、正帯電時に電荷発生に寄与し感光体の感度の向上を図るとともに、負帯電時にはブロッキング層としても有効に作用して支持体からの電荷の注入を阻止するよう機能している。

【0016】第3構成における本発明の感光体は、第一感光層にp型電荷発生材料、第二感光層にn型電荷発生材料と正孔輸送材料を含有させるもので、第1構成とは含有させる電荷発生材料の極性が逆である点で相違する。そしてこの構成により、第一感光層は正帯電時にブロッキング層として作用し、負帯電時に電荷発生に寄与するものである。

【0017】第4構成における本発明の感光体は、第二感光層に正孔輸送材料に替えて電子輸送材料を含有させる点で第3構成とは相違する。この構成により、第一感光層は、正帯電時にブロッキング層として作用すると共に電荷発生にも寄与する。

【0018】即ち、上記何れの構成においても、第一感光層を設けることにより、感度の向上と帯電量の向上を図ることができる。そして以上より明らかなように、本発明の両極性感光体は正極性、負極性の何れにもバランスよく帯電することができるものである。

【0019】また、本発明の両極性感光体においては、第一感光層あるいは第二感光層に含有させる電荷発生材料として従来する有機系のものを使用するものである。これらの有機系材料、セレン、酸化カドミウム、酸化型鉛等の無機系材料に比べて、安全であり、成膜性、経年性などの点で優れている。さらに塗工で生産することが

できるため、極めて生産性が高く安価な感光体を提供できる利点がある。また有機系では電荷発生材料を適宜に選択することによって、感光波長域を自由にコントロールすることができるため、本発明の感光体において第一感光層と第二感光層の感光波長域を定めて、第1感光層を電荷発生層とし十分に機能させることができる。

【0020】第一感光層および第二感光層に用い得る電荷発生材料としては、例えばビスアゾ系染料、トリスアゾ系染料、トリアリールメタン系染料、チアジン系染料、オキサジン系染料、キサンテン系染料、シアニン系色素、スチリル系色素、ピリリウム系染料、キナクリドン系染料、インジゴ系染料、ペリレン系染料、多環キノロン系染料、ビスベンズイミダゾール系染料、インドスロン系染料、スクアリリウム系染料、フタロシアニン系染料等の有機系染料および染料等が挙げられる。

【0021】上記電荷発生材料のうち、n型の電荷発生材料としては、多環キノロン系染料、ペリレン染料、インドスロン系染料、アゾ系染料等が挙げられる。またp型の電荷発生材料の例としてはフタロシアニン系染料、トリアリールメタン系染料、ピリリウム系染料、スチリル系色素、シアニン系染料、チアジン系染料、キナクリドン系染料、スクアリリウム系染料、オキサジン系染料、キサンテン系染料、ビスベンズイミダゾール系染料、インジゴ系染料等が挙げられる。しかしながら、電荷発生材料として使用される多くの染料および染料においては、置換基の種類によってn型とp型の両方が存在する。同一の染料では、そのイオン化ポテンシャルの値を目安にしてn型とp型を区別することが可能である。例えばビスアゾ系染料のn型とp型の区別は、イオン化ポテンシャルの値が5.5eVより大きいものをn型染料として、5.5eVより小さいものをp型の染料として取り扱うことができる。

【0022】特に、第一感光層にn型のアゾ系染料、特にビスアゾ系染料あるいはトリスアゾ系染料または多環キノロン系染料、第二感光層にp型のピリリウム系染料、特にチアピリリウム系染料またはフタロシアニン系染料、特に $\gamma$ 型、チタニル、銅あるいはテトラニトロ銅フタロシアニン系染料を使用することが好ましい。中でもアゾ系染料とピリリウム系染料を組み合わせて使用することが好ましい。

【0023】第一感光層には、さらなるブロッキング性の向上のためヒンダードフェノール化合物、ヒンダードアミン化合物、ハイドロキノン化合物、スピロクロマン化合物、スピロインドノン化合物等を添加してもよい。

【0024】第一感光層は、電荷発生材料およびその他の所望の添加剤を、結晶性溶媒の溶解した溶液に溶解あるいは分散させ、得られた溶液をアルミニウム等の導電性支持体上に塗布乾燥することにより形成される。

【0025】電荷発生材料と共に使用する結晶性溶媒としては、例えば、飽和ポリエステル樹脂、ブチラール樹脂

脂、ポリアミド樹脂、アクリル樹脂、エチレン-酢酸ビニル共重合体、イオン交換樹脂、イオン共重合体(アイオノマー)、スチレン-ブタジエンブロック共重合体、ポリアクリレート、ポリカーボネート、塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体、セルロースエステル、ポリイミド、ステロール樹脂、ポリアセタール樹脂、フェノキシ樹脂等の熱可塑性樹脂、エポキシ樹脂、ウレタン樹脂、シリコン樹脂、フェノール樹脂、メラミン樹脂、キシレン樹脂、アルキッド樹脂、熱硬化性アクリル樹脂等の熱硬化性樹脂、光硬化性樹脂、ポリ-N-ビニルカルバゾール、ポリビニルピレン、ポリビニルアントラセン等の光導電性樹脂を使用することができる。

【0026】中でも、ブチラール樹脂、ポリエステル樹脂、ポリカーボネート樹脂が好ましく、特にアゾ系染料に対してブチラール樹脂またはポリエステル樹脂、多環キノ系染料に対してポリカーボネート樹脂を組み合わせ使用することが好ましい。

【0027】上記の電荷発生材料をこれらの樹脂と共に、メタノール、エタノール、イソプロパノール等のアルコール類、アセトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサノン等のケトン類、N,N-ジメチルホルムアミド、N,N-ジメチルアセトアミド等のアミド類、ジメチルスルホキシド等のスルホキシド類、テトラヒドロフラン、ジオキサン、エチレングリコールモノメチルエーテル等のエーテル類、酢酸メチル、酢酸エチル等のエステル類、クロロホルム、塩化メチレン、シクロロエチレン、四塩化炭素、トリクロロエチレン等の脂肪族ハロゲン化炭化水素類あるいはベンゼン、トルエン、キシレン、リグロイン、モノクロロベンゼン、ジクロロベンゼン等の芳香族類等の有機溶剤に分散あるいは溶解させて調製した感光塗液を、上記の導電性支持体上に塗布し、乾燥させて第一感光層を設ける。

【0028】この場合、第一感光層の膜厚は0.01~1 $\mu$ m好ましくは0.1~0.5 $\mu$ mとなるように形成する。また、第一感光層中の電荷発生材料の含有量は、上記結晶樹脂1重量部に対して0.1~10重量部、好ましくは0.3~3重量部となるようにする。なお、電荷発生材料は2種以上組み合わせ使用してもよい。電荷発生材料の使用量が0.1重量部より少ないと感度が悪くなったり、繰り返し特性が悪化したりする。また、10重量部より多いと露光速度が遅くなり、繰り返しによって表面電位が低下する。

【0029】塗布液を導電性支持体上に塗布する方法としては、噴霧コーティング法、スプレーコーティング法、スピナーコーティング法、ブレードコーティング法、ローラーコーティング法、ワイヤーバーコーティング法等の様々なコーティング法を用いることができる。

【0030】導電性支持体としては、銅、アルミニウム、鉄、ニッケル等の金属あるいは板をドラム状にしたものが使用される。またこれらの金属をプラスチックフィ

ルム等に真空蒸着、無電解メッキしたもの、あるいは導電性ポリマー、酸化インジウム、酸化スズ等の導電性化合物の層を被るいはプラスチックフィルム上に塗布もしくは接着によって貼けたものも使用可能である。一般には円筒状のアルミニウムが使用されるが、具体的には、例えば、押出し加工後、引き抜き加工を施したアルミニウムパイプを切断し、その外表面をダイヤモンドバイト等の切削工具を用いて約0.2~0.3mm切断し仕上げたもの(切削管)や、アルミニウム円板を深絞り加工してカップ状とした後、外表面をしごき加工によって仕上げたもの(DI管)、アルミニウム円板をインパクト加工してカップ状とした後、外表面をしごき加工によって仕上げたもの(EI管)、押出し加工後、冷間引き抜き加工したもの(EI管)等が挙げられる。またこれらの表面をさらに切削したもの、陽極酸化したものを使用してもよい。

【0031】次に、上記のようにして形成された第一感光層の上に第二感光層を設ける。第二感光層形成に当たっては、電荷発生材料と電荷輸送材料、結晶樹脂その他の所望の添加剤とを適当な溶剤に分散させ、この塗布溶液を上記の第一感光層の上に塗布し、これを乾燥させるようにする。尚、電荷発生材料については、第一感光層に使用する電荷発生材料とは極性の異なるものを使用する必要がある。

【0032】塗布方法は第一感光層と同様の方法を用いることができる。この場合、第二感光層の膜厚は10~50 $\mu$ m、好ましくは15~50 $\mu$ mとなるように形成する。

【0033】また、第二感光層中の電荷輸送材料の含有量は、結晶樹脂1重量部にたいして0.02~2重量部、好ましくは0.5~1.2重量%となるようにする。なお、電荷輸送材料は2種以上組み合わせ使用してもよい。

【0034】第二感光層中の電荷発生材料の含有量は、第二感光層を構成する全材料に対して1.2~20重量%、好ましくは1.4~15重量%となるようにする。なお、電荷発生材料は2種以上組み合わせ使用してもよい。電荷発生材料の使用量が1.2重量%より少ない場合は、正帯電、負帯電の感度バランスが悪くなり、両極感光体としての特性が低下する。20重量%より多いと繰り返し使用による帯電電位の低下を招く。さらに紫外光の透過率が低下し、第一感光層が電荷発生層として機能しなくなるため、正帯電、負帯電の感度バランスが悪くなり、両極性感光体としての特性が低下する。

【0035】第二感光層の形成に使用する電荷輸送材料としては、前記したとおり正孔輸送材料および電子輸送材料のいずれも使用可能である。正孔輸送材料としては、例えばヒドラゾン化合物、ピラゾリン化合物、スチリル化合物、トリフェニルメタン化合物、オキサジアゾール化合物、カルバゾール化合物、スチルベン化合物、



従って、使用光源にしてもハロゲンランプ等分布をもった光源を用いてもよいし、レーザー光やLEDのようなコヒーレント光を使用することもできる。

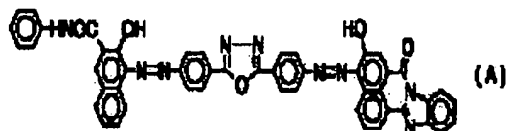
【0050】

【実施例】以下、具体的実施例を挙げながら本発明をさ

らに説明する。なお、以下の実施例中、「部」とあるのは特に断らない限り「重量部」を意味するものとする。

【0051】実施例1

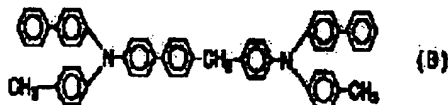
下記化学式(A)で表されるビスアゾ化合物(n型)：



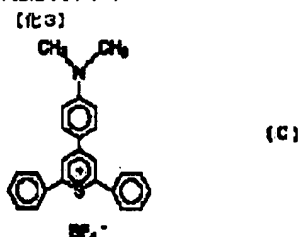
0.45部、ブチラル樹脂(エスレックBH-3；清水化学社製)0.45部をシクロヘキサノン5.0部とともにサンドミルにより分散させた。得られたビスアゾ化合物の分散液を50φのアルミドスライダに乾膜厚が

0.3 $\mu$ mとなるように塗布し第一感光層を形成した。

【0052】第一感光層の上に、下記化学式(B)：



で表されるジアミノ化合物5.0部およびポリカーボネート樹脂(バンライトK-1300；帝人化成社製)5.0部および下記化学式(C)：



で表されるチアピリリウム塩(p型)2.5部をシクロルメタン4.0部に溶解した溶液を乾膜厚が18 $\mu$ mになるように塗布し第二感光層を形成した。このようにして2層からなる感光層を有する感光体を得た。

【0053】得られた感光体を市販の電子写真装置

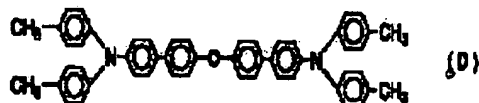
(EP-50；ミノルタカメラ社製)に装填し、-6KVでコロナ帯電させ、初期表面電位(V0(V))、初期電位を1/2にするために算した露光量(E1/2(1ux $\cdot$ sec))、1秒露光中に放置したときの初期電位の減衰率(DDR1(%))を測定した。

【0054】さらに+6KVでコロナ帯電させたときの初期表面電位(V0(V))、初期電位を1/2にするために算した露光量(E1/2(1ux $\cdot$ sec))、1秒露光中に放置したときの初期電位の減衰率(DDR1(%))をも測定した。

【0055】実施例2

実施例1と同様に第一感光層を形成した。該感光層上に、1,4-ジチオエチン-3,6-ジフェニルピロロ

[3,4-C]ピロール化合物(p型)1部、下記化学式(D)：



で表されるジアミノ化合物1.0部およびポリカーボネート樹脂(K-1300；帝人化成社製)1.0部をシクロルメタン1.0部と共にサンドミルにより50時間分散させた。

【0056】この分散液を厚さ20 $\mu$ mとなるように塗布、乾燥させて第二感光層を形成した。このようにして2層からなる感光層を有する電子写真感光体を得た。

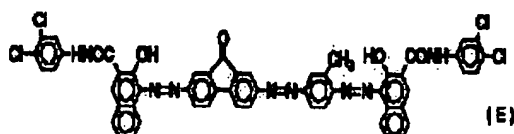
【0057】得られた感光体について実施例1と同様の方法で正帯電および負帯電時のV0、E1/2およびDDR1を測定した。

【0058】実施例3

下記化学式(E)で表されるトリスアゾ化合物(n型)：

【化5】

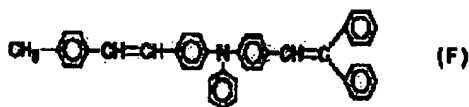




0.45部、フチラル樹脂(エスレックBX-1; 炭水化学社製)0.25部およびフェノキシ樹脂(PKH H; ユニオンカーバイド社製)0.25部をシクロヘキサノン50部とともにサンドミルにより48時間分散させた。  
【化6】

【0059】得られた分散液を50φのアルミドラム上に乾燥膜厚が0.3g/m<sup>2</sup>となるように塗布し第一感光層を形成した。

【0060】第一感光層の上に、下記化学式(F)：

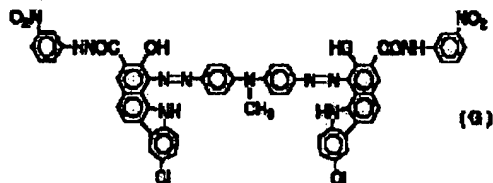


で表されるジスチリル化合物40部およびポリカーボネート樹脂(L-1250; 帝人化成社製)60部および化学式(C)で表されるチアピリリウム塩(p型)1.2部およびジブチルヒドロキシルエン8部をシクロルメタン400部に溶解した溶液を乾燥膜厚が20μmとなるように塗布し第二感光層を形成した。このようにして2層からなる感光層を有する感光体を得た。

【0061】得られた感光体について実施例1と同様の方法で正帯電および負帯電時のV<sub>0</sub>、E<sub>1/2</sub>およびDDR1を測定した。

#### 【0062】実施例4

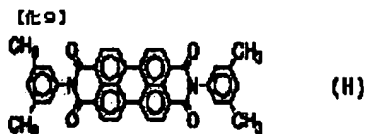
化学式(A)で表わされるビスアゾ化合物(n型)0.45部、フチラル樹脂(エスレックBH-3; 炭水化学社製)0.45部をシクロヘキサノン50部と共にサンドミルにより分散させ、得られたビスアゾ化合物の分散液を50φのアルミドラム上に乾燥膜厚が0.5g/m<sup>2</sup>となるように塗布し、第一感光層を形成した。



1部、フチラル樹脂(エスレックBM-2; 炭水化学社製)1部およびシクロヘキサノン100部とともにサンドミルにより20時間分散させた。

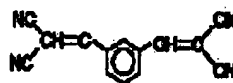
【0065】得られた分散液を50φのアルミドラム上に塗布し、乾燥させて厚さ0.3μmの第一感光層を形成した。

【0066】次に、下記化学式(H)：



【0063】第一感光層の上に、化学式(F)で表わされるジスチリル化合物40部およびポリカーボネート樹脂(K-1300; 帝人化成社製)60部および化学式(C)で表わされるチアピリリウム塩(p型)1.8部およびジブチルヒドロキシルエン8部、下記化学式(Q)で表わされるマロジニトリル化合物0.8部、o-ターフェニル1.2部をシクロルメタン400部に溶解した溶液を乾燥膜厚が18μmとなるように塗布し、第二感光層を形成した。このようにして2層からなる感光層を有する感光体を得た。

#### 【化7】



#### 【0064】実施例5

下記化学式(G)で表されるビスアゾ化合物(p型)：

で表されるペリレン染料(n型)5部、化学式(F)で表されるジスチリル化合物45部およびポリカーボネート樹脂(PC-2; 三菱ガス化学社製)50部をジブチルヒドロキシルエン8部およびシクロルメタン400部とともにペイントコンディショナーで8時間分散させた。

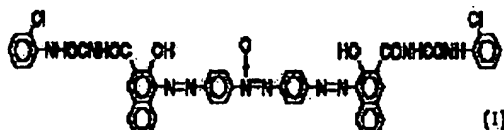
【0067】このようにして得た分散液を第一感光層の上に乾燥膜厚が20μmとなるように塗布し第二感光層を形成した。このようにして2層からなる感光層を有する感光体を得た。

【0068】得られた感光体について実施例1と同様の方法で正帯電および負帯電時のV<sub>0</sub>、E<sub>1/2</sub>およびDDR

1を測定した。

【0069】実施例6

【化10】

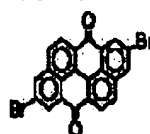


(I)

下記化学式 (I) で表されるビスアゾ化合物 (n型) :

【0075】次に、下記化学式 (K) :

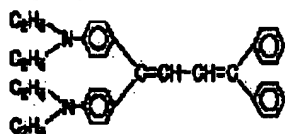
【化12】



(K)

1部、ポリエステル樹脂 (ハイロン200; 東洋紡績社製) 1部および下記化学式 (J) :

【化11】



(J)

で表されるブタジエン化合物 1部をシクロヘキサノン 50部とともにサンドミルにより48時間分散させた。

【0070】得られた分散液を陽極酸化被膜 (5μm) を有するアルミドラム (50φ) 上に、乾燥膜厚が 0.3g/m<sup>2</sup> となるように塗布し第一感光層を形成した。

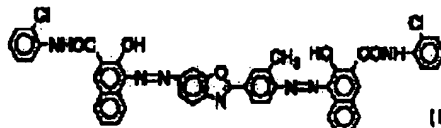
【0071】次に、γ型無金属フタロシアニン (p型) 1部、ポリカーボネート樹脂 (L-1250; 帝人化成社製) 20部、化学式 (J) で表されるブタジエン化合物 20部、ヒンダードフェノール化合物 (イルガノックス565; チバガイギー社製) 2部およびフルオルシリコーンオイル (X-22-8-19; 信越化学社製) 0.01部をテトラヒドロフラン 180部とともにサンドミルにより5時間分散させた。

【0072】このようにして得た分散液を第一感光層の上に乾燥膜厚が20μmとなるように塗布し第二感光層を形成した。このようにして2層からなる感光層を有する感光体を得た。

【0073】得られた感光体について実施例1と同様の方法で正帯電および負帯電時のV<sub>0</sub>、E<sub>1/2</sub>およびDDR1を測定した。

【0074】実施例7

N-メトキシメチル化ナイロン (トレジンF30; 帝國化学社製) 1部をメタノール90部に溶解した。この溶液を50φのアルミドラム上に乾燥膜厚が1μmとなるように塗布し、下引層を形成した。【化13】



(L)

で表されるビスアゾ化合物 (n型) 1部およびブチラール樹脂 (ブチラール化度88%、数平均分子量2,000) 1部をシクロヘキサノン100部とともにサンドミルにより20時間分散させた。

で表される多環キノン系染料 (n型) 0.5部およびポリカーボネート樹脂 (L-1250; 帝人化成社製) 0.5部をシクロヘキサノン50部とともにサンドミルにより48時間分散させた。

【0076】得られた多環キノン系染料の分散物を下引層上に、乾燥膜厚が0.3μmとなるように塗布し、第一感光層を形成した。

【0077】次に化学式 (F) で表されるジスチリル化合物40部およびポリアリレート樹脂 (U-100; ユニチカ社製) 60部およびチタニルフタロシアニン (p型) 2.5部、ジブチルヒドロキシルエン6部をジオキサン500部とともにサンドミルにより48時間分散させた。

【0078】得られた分散液を第一感光層の上に、乾燥膜厚が22μmとなるように塗布し、第二感光層を形成した。このようにして2層からなる感光層を有する感光体を得た。

【0079】得られた感光体について実施例1と同様の方法で正帯電および負帯電時のV<sub>0</sub>、E<sub>1/2</sub>およびDDR1を測定した。

【0080】実施例8

カゼインのアノニア水溶液 (カゼイン11.1g、28%アノニア1g、水222ml) を50φのアルミドラム上に乾燥膜厚が1.0g/m<sup>2</sup>となるように塗布し、下引層を形成した。

【0081】次に、下記化学式 (L) :

【0082】得られたビスアゾ化合物の分散物を下引層上に、乾燥膜厚が0.4μmとなるように塗布し、第一感光層を形成した。

【0083】次に銅フタロシアニン50部とテトラニト

ロ銅フタロシアニン0.2部を9.9%過硫酸500部に充分攪拌しながら溶解させた。この溶液を水5,000部に投入し、銅フタロシアニンとテトラニトロ銅フタロシアニンの光導電性材料組成物(p型)を析出させた。析出物を濾過、水洗し、減圧下120℃で乾燥させた。

【0084】上記で得られた光導電性組成物5部をポリカーボネート樹脂(K-1300;東人化成社製)30部および化学式(J)で表されるフタジエン化合物15部およびジブチルヒドロキシルエタン2部をジクロルエタン300部とともにサンドミルにより20時間分散させた。

【0085】得られた分散液を第一感光層の上に、乾燥膜厚が20μmになるように塗布し、第二感光層を形成した。このようにして2層からなる感光層を有する感光体を得た。

【0086】得られた感光体について実施例1と同様の方法で正帯電および負帯電時のV0、E1/2およびDDR1を測定した。

#### 【0087】実施例9

共重合ナイロン(CMC-8000;東レ社製)1部をメタノール90部に溶解した溶液を50μmのアルミドラム上に乾燥膜厚が1.0g/m<sup>2</sup>となるように浸漬塗布法で塗布し、下引層を形成した。

【0088】次に、化学式(K)で表される多環キノン誘導体(n型)0.45部、ブチラール樹脂(エスレックBX-1;積水化学社製)0.25部およびフェノキシ樹脂(PKH;ユニオンカーバイド社製)0.25部をジクロヘキサノン50部とともにサンドミルにより48時間分散させた。

【0089】得られた多環キノン誘導体の分散物を下引層の上に、乾燥膜厚が0.3g/m<sup>2</sup>となるように塗布し、第一感光層を形成した。

【0090】化学式(B)で表されるジアミノ化合物50部およびポリカーボネート樹脂(PC-Z;三菱ガス化学社製)50部およびチタニウムフタロシアニン誘導体(p型)5部、ジブチルヒドロキシルエタン5部をジクロルエタン600部とともに分散させた。

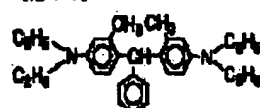
【0091】得られた分散液を第一感光層の上に、乾燥膜厚が18μmになるようにスプレー塗布し、第二感光層を形成した。このようにして2層からなる感光層を有する感光体を得た。

【0092】得られた感光体について実施例1と同様の方法で正帯電および負帯電時のV0、E1/2およびDDR1を測定した。

#### 【0093】比較例1

下記化学式(M)で表されるトリフェニルメタン化合物:

【化14】



(M)

50部、ポリカーボネート樹脂(L-1250;東人化成社製)50部および化学式(C)で表されるチアピリリウム塩(p型)2.5部をジクロルメタン400部に溶解した。

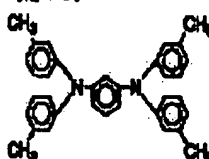
【0094】得られた溶液を50μmのアルミドラム上に乾燥膜厚が18μmになるように塗布し感光層を形成した。このようにして単層型の同極性感光体を作製した。

【0095】得られた感光体について実施例1と同様の方法で正帯電および負帯電時のV0、E1/2およびDDR1を測定した。

#### 【0096】比較例2

下記化学式(N)で表されるジアミノ化合物:

【化15】



(N)

4.5部、ポリカーボネート樹脂(PC-Z;東人化成社製)50部および化学式(H)で表されるペリレン誘導体(n型)5部をジクロルエタン400部にペイントコンディショナーで8時間分散した。

【0097】得られた分散液を50μmのアルミドラム上に乾燥膜厚が20μmになるように塗布し感光層を形成した。このようにして単層型の同極性感光体を作製した。

【0098】得られた感光体について実施例1と同様の方法で正帯電および負帯電時のV0、E1/2およびDDR1を測定した。

#### 【0099】比較例3

4-(4-ジメチルアミノフェニル)-2,6-ジフェニルピリリウムパークロレート(P型)0.2g、ポリカーボネート樹脂(K-1300;東人化成社製)0.2g、ジクロルメタン15g、トルエン5gよりなる溶液をn-ヘキサノン50gを加えて共晶錯体を調製した。

【0100】得られた共晶錯体0.1gをピニルブチラール樹脂(BH-3;積水化学社製)0.3gおよびトルエン2gと混合し、ボールミル中で23時間連続した。

【0101】得られた混合物を1-フェニル-3-(p-ジメチルアミノステリル)ピラゾリン0.2gをトルエン2gに溶解した溶液に加え、5時間連続し感光性組成物とした。

【0102】一方、アルミドラム上にセレンを50μm厚に塗布し、その上に上記感光性組成物を、乾燥膜厚が

1.5 $\mu$ m厚になるように塗布乾燥した。このようにして2層からなる感光体を得た。

【0103】比較例4

実施例1において、第二感光層に添加するチアピリウム塩(0型)の量を0.9部とすること以外は、実施例1と同様にして2層からなる感光層を有する感光体を得た。

【0104】比較例5

電荷発生材料として、化学式[K]で表わされる多環キノン原料5部、フチラル樹脂(エスレックB L-X: 炭水化学社製)1部、酢酸n-ブチル40部からなる混合物をペイントコンディショナーによく分散した。

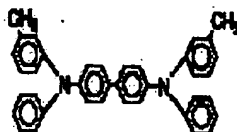
【0105】得られた塗布液をアルミドラム上に乾燥膜厚が0.4 $\mu$ mになるように塗布し、乾燥させた。

【0106】次に下記化学式(O)で表わされるベンジジニ化合物10部とポリカーボネート樹脂(アール-エ: 三

美ガス化学社製)11部、下記化学式[P]で表わされるスクアリウム原料0.003部を、モノクロルベンゼン45部、ジクロロメタン45部に溶解した塗布液を第一感光層の上に、乾燥膜厚が1.9 $\mu$ mになるように塗布し、乾燥させて2層からなる感光層を有する感光体を得た。

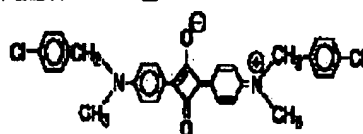
【0107】

(化1.6)



(O)

【0108】



(P)

【0109】比較例6

実施例4において、化学式(O)で表わされるチアピリウム塩の量を1.3部とすること以外は実施例4と全く同様にして2層からなる感光層を有する感光体を得た。

【0110】得られた感光体について実施例1と同様の方法で正帯電および負帯電時の $V_0$ 、 $E_{1/2}$ およびDDR1を測定した。

【0111】実施例1～9および比較例1～6で得られ

た感光体の $V_0$ 、 $E_{1/2}$ およびDDR1の測定結果を表1にまとめた。さらに実施例1～9および比較例1～6の感光体を正帯電-露光のプロセスを50回繰り返し行った後、負に帯電させたときの $V_0'$ (V)を測定し、これを表1に示した。前、比較例5については、負帯電時の感度が殆ど得られず $V_0'$ は測定不可能であった。

【0112】

	-800KV帯電			+800KV帯電			$V_0'$ (V)
	$V_0$ (V)	$E_{1/2}$ (lux-sec)	DDR1 (%)	$V_0$ (V)	$E_{1/2}$ (lux-sec)	DDR1 (%)	
実施例1	-810	1.8	0.8	+688	0.8	2.7	687
実施例2	-687	1.2	0.7	+688	0.9	2.3	585
実施例3	-805	1.8	0.8	+688	0.7	2.9	669
実施例4	-820	1.2	0.6	+688	0.8	2.6	668
実施例5	-810	1.9	0.5	+688	0.6	1.6	619
実施例6	-805	1.4	0.8	+688	1.1	2.6	620
実施例7	-808	1.3	0.9	+687	0.9	2.7	690
実施例8	-802	1.6	0.8	+682	1.0	2.3	699
実施例9	-808	1.5	0.8	+685	0.8	2.1	599
比較例1	-810	4.8	0.8	+688	2.4	2.8	367
比較例2	-820	0.8	0.8	+688	2.7	2.7	353
比較例3	-815	3.9	0.8	+680	2.6	2.8	416
比較例4	-820	1.2	0.8	+680	4.8	2.9	670
比較例5	-815	1.8	0.8	+610	78.0	1.6	-
比較例6	-820	1.1	0.8	+682	3.2	1.8	638

【0113】表1からわかるように、本発明の感光体は正帯電でも負帯電でも電荷保持能が充分あり、暗減衰率

も感光体としては充分使用可能な程度に小さく、また感度においても優れている。さらに、極性切替時の電位

安定性に優れている。

【0114】実施例1の感光体においては、さらに市販の電子写真方式のリーダープリンター機（RP-500；ミノルタカメラ社製）による正気帯電時の繰り返し実写テストを行った。1,000枚のコピーを行っても、初期、最終画像は鮮明であった。本発明の感光体は、画像安定性、感度安定性等繰り返し特性も安定していることがわかる。

【0115】

【発明の効果】本発明は新規な両極性感光体を提供した。本発明の両極性感光体は感度、感度バランス、初期表面電位、暗減衰率、極性切り替え時の電位安定性等の感光体特性に優れ、繰り返し使用しに対する画像安定性に優れている。

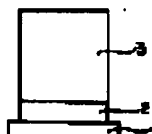
【図面の簡単な説明】

【図1】感光体の模式的断面図

【符号の説明】

1：導電性支持体、2：第1感光層、3：第2感光層

【図1】



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**